

**多結晶体 NiZn フェライトにおける
磁区構造の微細構造依存性に関する研究**
**Study for the micro-structure dependence of the magnetic domain in
polycrystalline NiZn ferrite**

河野 健二, 八矢 正大
Kenji Kawano, Masahiro Hachiya

太陽誘電株式会社
TAIYO YUDEN Co. Ltd.

NiZn フェライト焼結体表面での磁区を光電子顕微鏡(PEEM)を用いて観察を行った。実験では、磁区のイメージを得ることができ、磁区サイズが数 μm 程度であることが確認された。また、磁壁は粒界部分に局在しているわけではなく、粒内にも多数存在していることが確認され、微細構造との明確な関連は見出せなかった。このような磁区構造は、透磁率、コアロス等のバルク体の特性から予想されるものとは異なっている。このような差異の原因を理解するためにも、より詳細かつ系統的な実験が必要である。

キーワード： フェライト、磁区観察、PEEM

背景と研究目的：

電子部品等に広く使われている NiZn フェライト焼結材料において、材料の粒径を単磁区サイズ以下にすることによって、磁壁移動による磁化が抑制され、コアロスが低減することが報告されている^[1,2]。フェライトの単磁区サイズは、一般に $\sim 6\mu\text{m}$ と言われており、平均粒径だけで比較すれば、磁壁移動が抑制される粒径と単磁区サイズはよく一致するが、平均粒径が $\sim 6\mu\text{m}$ のサンプル中でも、単磁区サイズよりはるかに大きな結晶粒が存在しており、これらの結晶粒は粒内に磁壁を有する多磁区構造になると思われる。しかしながら、このような材料においてもコアロスやその他の材料特性は、全結晶粒が単磁区的に振舞っていることを示唆しており、材料中の磁区構造の理解が求められている。

そこで、今回、NiZn フェライト焼結体中の微細構造と磁区構造の関係を明らかにすることを目的に、放射光を用いた光電子顕微鏡(PEEM)実験を行った。

実験：

通常の粉末冶金法で作成された結晶粒径が異なる複数の NiZn フェライト焼結体を用い、これらの磁区構造をゼロ磁場下で観察した。実験には、BL17SU に設置されたエネルギー分光型光電子顕微鏡(SPELEEM)を用いた。SPELEEM は高い空間分解能をもち、3種類の分光モード(イメージングモード・回折モード・分散モード)を切替えながら観察・測定することができる。また、円偏光軟X線、電子線、水銀ランプの3種の光源を用いることで、試料形状だけでなく、磁気状態を直接スクリーンに拡大投影できる。磁区観察では、高輝度円偏光をFeの吸収端に設定して実施した。

実験では、フェライトの高い絶縁性の影響でチャージアップが生じ、それを避けるために、試料表面に、部分的なストライプ蒸着を行い、蒸着された箇所の近傍の観察を行った。

結果および考察：

図1に、今回の実験で観察された磁区イメージを示す。図に示すような明確な磁区構造を得ることができ、磁区のサイズは数 μm 程度と、これまでに報告されてきた値と近いことが分かった。また、磁壁と粒界の位置が一致しているわけではなく、粒界をまたいで分布する磁壁も存在しており、材料中の微細構造とは関係無く磁区構造が形成されていることを示唆している。

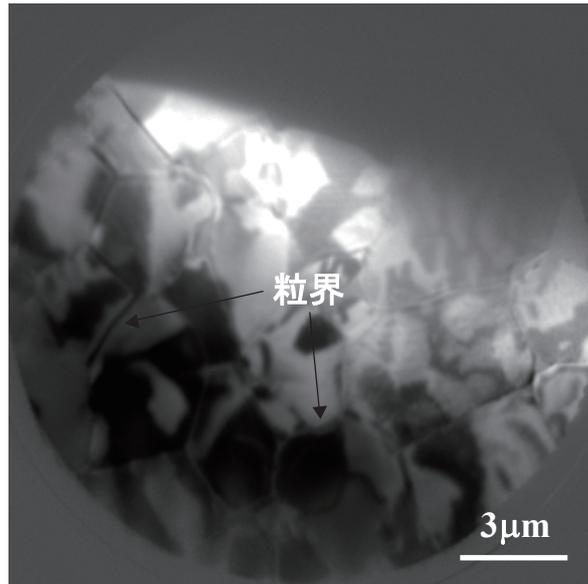


図 1. エネルギー分光型光電子顕微鏡(SPELEEM)で観察された NiZn フェライトの磁区構造

透磁率やコアロスの結晶粒径依存性は、平均粒径が $\sim 6\mu\text{m}$ より小さいと、全ての結晶粒が単磁区になり、大きい場合には粒内に磁壁が生成することを示唆しており、図 1 に示すような微細構造に依存しない磁区構造とは大きく異なっている。実際に図 1 に示すような磁区構造が材料中で成立しているとする、これまで報告されてきた微細構造とコアロスの関係について再考が必要となる。

バルク体の特性から予想されるものと今回の磁区構造との差異の原因の一つとして、表面の効果が考えられる。エネルギー分光型光電子顕微鏡(SPELEEM)では、ごく表層のみを観察した結果である可能性が考えられる。即ち、SPELEEM の場合、ビームはサンプル表面から数 nm 程度しか侵入せず、ごく表面での磁区構造を観察していることが考えられる。その場合、表面における反磁界の影響で多磁区化する等、表面のみにおいて特異な磁区構造が成立し、今回はその表面での磁区構造を観察した可能性も考えられる。

今後の課題：

エネルギー分光型光電子顕微鏡(SPELEEM)を用いて、NiZn フェライト焼結体の磁区観察を行った。得られた結果は、磁区構造は、微細構造とは関係無く形成されることを示唆している。これは、観察された磁区構造が、表面に特異に形成されたものである可能性を示唆しており、今後微細構造を系統的に変えたサンプルでの実験が必要である。

参考文献：

- [1] P.J. van der Zaag, P.J. van der Valk, M.Th.Rekvelde, *Appl. Phys. Lett.* **69** (1996) 2927.
- [2] K.Kawano, M.Hachiya, Y.Iijima, N.Sato and Y.Mizuno, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **321** (2009) 2488.